



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **03190803 A**(43) Date of publication of application: **20.08.91**

(51) Int. Cl.

A01N 31/14**A01N 25/12**(21) Application number: **01328849**(22) Date of filing: **19.12.89**(71) Applicant: **NIPPON NOHYAKU CO LTD**(72) Inventor: **SHIMOKAWA ATSUSHI
NAKATANI MOTOKATSU
HATTORI TAKAHIRO
OKAWA KATSUMASA****(54) GRANULAR COMPOSITION OF AGRICULTURAL
CHEMICAL PREVENTED FROM CONSOLIDATION****(57) Abstract:**

PURPOSE: To obtain a granular composition of an agricultural chemical without generating consolidation nor separating out with crystallizing of an active ingredient on the surface of the granule by mixing dibenzyl ether into the active ingredient of the agricultural chemical in a solid state at normal temperature.

CONSTITUTION: An active ingredient of an agricultural chemical is mixed with 0.1-40wt.% (preferably

0.5-30wt.%) dibenzyl ether to afford the subject composition. Said active ingredient (e.g. flutolanil) preferably has 15-160°C melting point and further a compound of liquid at normal temperature (e.g. benfuracarb) is able to be simultaneously contained. The subject composition contains granular material having 0.06-2mm granular diameter obtained by a kneading pelletizing method, a coating pelletizing method or an impregnating method, etc., and contains an organic solvent, a surfactant, a decomposition-inhibitor or a chemical injury-inhibitor, etc., as necessary.

COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-190803

⑮ Int. Cl.⁵

A 01 N 31/14
25/12

識別記号

庁内整理番号

8930-4H
6742-4H

⑬ 公開 平成3年(1991)8月20日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全6頁)

⑭ 発明の名称 固結の防止された農薬粒状組成物

⑯ 特 願 平1-328849

⑰ 出 願 平1(1989)12月19日

⑱ 発 明 者 下 川 敦 大阪府茨木市上穂積1丁目2-27-402
⑱ 発 明 者 中 谷 元 克 大阪府河内長野市北貴望ヶ丘3218-5
⑱ 発 明 者 服 部 隆 宏 兵庫県神戸市灘区桜ヶ丘町15-65-715
⑱ 発 明 者 大 河 勝 正 大阪府河内長野市向野町625-16
⑲ 出 願 人 日本農薬株式会社 東京都中央区日本橋1丁目2番5号
⑲ 代 理 人 弁理士 葛 経 夫 外1名

日 月 年 日 時 分 秒

1. 発明の名称

固結の防止された農薬粒状組成物

2. 特許請求の範囲

(1) 1種又は2種以上の常温で固体の農薬有効成分化合物を含有する粒状組成物において、ジベンジルエーテルを含有することを特徴とする固結の防止された農薬粒状組成物。

(2) ジベンジルエーテルの含有量が、農薬粒状組成物中に0.1~40重量%である請求項第1項記載の農薬粒状組成物。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は1種又は2種以上の常温で固体の農薬有効成分化合物を含有する粒状組成物において、ジベンジルエーテルを含有することを特徴とする固結の防止された農薬粒状組成物に関するものである。

(従来技術及び解決すべき課題)

近年、農薬粒剤は施用が簡便であり、散布時には粉剤のような漂流飛散が少ない等の利点があるために大量に使用されるようになってきている。

しかし農薬粒剤は時として貯蔵中に固結が起こり、包装容器中からの取り出しが困難となったり、或いは流動性が著しく低下して、散布作業性を悪化させたり、場合によっては散布不能となる。

農薬粒剤の固結の発生する機構としては、例えば貯蔵中における昼夜及び季節的な気温の変動により、包装容器内の固体有効成分化合物が昇華・凝結又は部分的な軟化・融着や焼結を繰り返すことにより、結晶成長と個々の粒同士の固着が起こり、固結を起こすと考えられている。

この部分的な軟化・融着や焼結は、2種以上の固体有効成分化合物を含有する場合には融点降下によって更に助長されることが考えられる。又、固体の有効成分化合物の他に、液体の

有効成分化合物、安定剤又は界面活性剤等の液体の補助剤を含有する場合には、部分的な溶解・晶出を繰り返すことによって結晶成長と個々の粒同士の固着が起こり、固結するものと考えられる。

このような固結は、農薬粒剤の致命的な欠陥となるので、従来より固結を防止する方法が報告されており、例えば有効成分化合物を不揮発性溶剤に溶解させるか、他の成分を添加して共融液化し、溶液化した有効成分化合物を含む溶液を固体担体と混合、造粒して固結を防止する方法（特公昭44-1307号、同46-31352号、同47-7919号、特開昭59-216801号公報）、アダクトや層間化合物の生成及び高吸着性担体を使用し、有効成分化合物を固体担体に強く保持させて有効成分化合物の移動を抑制し、結晶成長を阻止し、固結を防止する方法（特公昭48-3367号、同55-8481号、同55-18681号、特開昭51-1648号、同53-15425号及び同62-153201号）、高級脂肪酸やその塩類、糖、高分子化合

物を添加して粒剤全体及び粒剤表面への有効成分の移動を阻止し、固結を防止する方法（特開昭48-52941号、同48-96732号、同50-155632号、同51-1646号及び同51-1647号）等の方法がある。

（課題を解決するための手段）

本発明者等はかかる状況を鑑み、固結の防止された農薬粒剤を開発すべく鋭意研究を重ねた結果、固結防止剤としてジベンジルエーテルを添加することにより固結防止効果が顕著で、且つ作物に対する薬害もない農薬粒状組成物を見出したものである。

即ち、本発明は1種又は2種以上の常温で固体の農薬有効成分化合物を含有する農薬粒状組成物において、固結防止剤としてジベンジルエーテルを添加することにより農薬粒状組成物の固結を防止する新規な技術を提供するものである。

本発明の農薬粒状組成物に配合されるジベンジルエーテルは、塩化ベンジルを加水分解して

3

ベンジルアルコールを製造する際の副成物として得られ、染色キャリアー、香料等に使用されている化合物であり、市販品として容易に入手することができる。

本発明の農薬粒状組成物にジベンジルエーテルを配合する割合は、必ずしも農薬有効成分化合物を溶解させるのに十分な量は必要ではなく、農薬粒状組成物中に0.1~40重量%の範囲で存在しておれば良く、好ましくは0.5~30重量%の範囲から最適量を適宜選択すれば良い。

本発明の農薬粒状組成物には、粒状組成物の生産効率の向上や有効成分化合物の粒状組成物からの放出を促進する等の目的のために、本発明の固結防止剤のジベンジルエーテルの他に有機溶媒、例えばN-メチルピロリドン、グリコール類等を使用することができる。更に必要に応じて、本発明の農薬粒状組成物は、例えばポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルフェニルエーテルサルフェート塩、ドデシルベンゼンス

4

ルホン酸塩等の界面活性剤、エポキシ化植物油、有機酸、アミン類等の分解防止剤、反応硬化性エポキシ化合物、シランカップリング剤等の薬害防止剤等をも使用することができる。

本発明で利用できる1種又は2種以上の農薬有効成分化合物は常温で固体のものであれば良い。一般的に農薬粒剤の経時固結の発生の頻度は、有効成分化合物の融点が約15℃乃至160℃の範囲にある有効成分化合物を含有する時に高く、該範囲以外の融点を有する有効成分化合物を含有する粒剤では低くなる。従って本発明が最も有効に作用するのは15℃乃至160℃の範囲の融点を有する有効成分化合物を含有する農薬粒状組成物においてであり、例えば代表的な有効成分化合物を以下に例示するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

- ・3'-イソプロポキシ- α , α , α -トリフルオロ- α -トリアニリド（一般名：フルトラニル）
- ・N-(1-エチルプロピル)-3, 4-ジメ

- ・チル-2, 6-ジニトロアニリン (一般名: ペンディメタリン)
- ・ジイソプロピル 1, 3-ジチオラン-2-イリデンマロネート (一般名: イソプロチオラン)
- ・0, 0-ジイソプロピル-2-(ベンゼンスルホンアミド) エチルジチオホスフェート (一般名: SAP)
- ・3-(ジメトキシホスフィニルオキシ)-N-メチル-cis-クロトンアミド (一般名: モノクロトホス)
- ・2-ターシャリーブチルイミノ-3-イソプロピル-5-フェニル-3, 4, 5, 6-テトラヒドロ-2H-1, 3, 5-チアジアジン-4-オン (一般名: ププロフェジン)
- ・1, 2, 5, 6-テトラヒドロ-ピロロ[3, 2, 1-i, j]キノリン (一般名: ピロキロン)
- ・m-トリル-N-メチルカーバメート (一般名: MTMC)

7

ラチオカルブ)

本発明の農薬粒状組成物を製造する方法としては、農薬粒剤を製造する常法により行えば良く、例えば練り込み造粒法、被覆造粒法、又は含浸法等により0.06mm乃至2mmの範囲の粒径を有する農薬粒状組成物を製造することができる。

(実施例及び試験例)

以下に本発明の代表的な実施例、比較例及び試験例を例示するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

なお、実施例及び比較例中、部とあるのは重量部を示す。

実施例 1

イソプロチオラン原体 (97.5%) 13.7部、ポリビニルアルコール (ゴーセノール GL-05、日本合成化学製) 4.0部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム (エアロール CT-1、東邦化学工業製) 0.5部、含水珪酸 (トクシール N、徳山曹達製) 20.0部及び

- ・メチル N-(2-メトキシアセチル)-N-(2, 6-キシリル)-DL-アラニナート (一般名: メクラキシル)

又は、本発明は1種又は2種以上の常温で固体の有効成分化合物の他に、常温で液体の有効成分化合物も同時に含有することができ、例えば以下に例示する常温で液体の農薬有効成分化合物等も使用することができる。

- ・2, 3-ジヒドロ-2, 2-ジメチル-7-ベンゾフラニル N-[N-(2-エトキシカルボニルエチル)-N-イソプロピルアミノスルフェニル] N-メチルカーバメイト (一般名: ペンフラカルブ)
- ・2, 3-ジヒドロ-2, 2-ジメチル-7-ベンゾフラニル N-[N, N-ジブチルアミノスルフェニル] N-メチルカーバメイト (一般名: カルボスルファン)
- ・ブチル 2, 3-ジヒドロ-2, 2-ジメチルベンゾフラン-7-イル N, N-ジメチル-N, N-チオジカーバメート (一般名: フ

8

クレー (日本耐火陶製) 61.8部を混合し、これに適量の水を加えて混練し、径 0.9mmのスクリーンを装着したバスケット型造粒機 (RG-5型、菊水製作所製) で造粒した。得られた造粒物を流動乾燥機で乾燥し、粒基剤を得た。

この粒基剤90.0部にジベンジルエーテルを含浸させた後、十分に混合してイソプロチオラン12%を含有する粒剤を得た。

実施例 2

イソプロチオラン原体 (97.5%) 12.3部をジベンジルエーテル10.0部に溶解した溶液を、焼成した珪藻土粒基剤 (イソライト CG-1、イソライト工業製) 77.7部に含浸させた後、十分に混合してイソプロチオラン12%を含有する粒剤を得た。

実施例 3

フルトラニル原体 (97.5%) 7.2部、N-メチルピロリドン 3.0部及びジベンジルエーテル 5.0部を混合、溶解した溶液を、アクバルジャイト LVM (米國フローリデン社製) 84.8部に

含浸させた後、十分に混合してフルトラニル 7%を含有する粒剤を得た。

実施例 4

メクラキシル原体 (93%) 0.22部をジベンジルエーテル 1.00部に溶解した溶液を、軽石粒 (カガライト 2号、シルバー産業(株)製) 98.78部に含浸させた後、十分に混合してメクラキシル 0.2%を含有する粒剤を得た。

実施例 5

SAP原体 (95%) 10.6部をジベンジルエーテル 3.0部に溶解した溶液を、アクバルジャイト LVM 86.4部に含浸させた後、十分に混合して SAP 10%を含有する粒剤を得た。

実施例 6

イソプロチオラン原体 12.3部、フルトラニル原体 7.2部、N-メチルピロリドン 3.0部及びジベンジルエーテル 6.0部を混合、溶解した溶液を、焼成した珪藻土粒基剤 71.5部に含浸させた後、十分に混合してイソプロチオラン 12%及びフルトラニル 7%を含有する混合粒剤を得

た。

実施例 7

イソプロチオラン原体 (97.5%) 14.7部、ポリビニルアルコール (ゴーセノール GL-05) 4.0部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム (エアロール CT-1) 0.5部、珪藻土粉末 (ラジオライト #200、昭和化学(株)製) 30.0部及びビクレー 50.8部を混合し、これに適量の水を加えて混練し、径 0.9mmのスクリーンを装着したバスケット型造粒機 (RG-5型) で造粒した。得られた造粒物を流動乾燥機で乾燥し、粒基剤を得た。

この粒基剤 84.0部にベンフラカルブ原体 (84%) 6.0部とジベンジルエーテル 10.0部を混合した溶液を含浸させた後、十分に混合してイソプロチオラン 12%及びベンフラカルブ 5%を含有する混合粒剤を得た。

実施例 8

イソプロチオラン原体 12.3部、ベンフラカルブ原体 (84%) 6.0部、γ-ブチロラクトン

1 1

3.0部及びジベンジルエーテル 8.0部を混合、溶解した溶液を、焼成した珪藻土粒 (イソライト CG-1) 70.7部に含浸させた後、十分に混合してイソプロチオラン 12%及びベンフラカルブ 5%を含有する混合粒剤を得た。

比較例 1

イソプロチオラン原体 (97.5%) 12.3部、ポリビニルアルコール (ゴーセノール GL-05) 4.0部、ジオクチルスルホサクシネートナトリウム (エアロール CT-01) 0.5部、含水珪酸 (トクシール N) 20.0部及びビクレー 63.2部を混合して、これに適量の水を加えて混練し、径 0.9mmのスクリーンを装着したバスケット型造粒機 (RG-5型) で造粒した。得られた造粒物を流動乾燥機にて乾燥し、イソプロチオラン 12%を含有する粒剤を得た。

比較例 2

イソプロチオラン原体 (97.5%) 12.3部をヘキシレングリコール 10.0部に溶解した溶液を、焼成した珪藻土粒基剤 (イソライト CG-1)

1 2

77.7部に含浸させた後、十分に混合してイソプロチオラン 12%を含有する粒剤を得た。

比較例 3

フルトラニル原体 (97.5%) 7.2部、N-メチルピロリドン 3.0部及びヘキシレングリコール 5.0部を混合、溶解した溶液を、アクバルジャイト LVM 84.8部に含浸させた後、十分に混合してフルトラニル 7%を含有する粒剤を得た。

比較例 4

メクラキシル原体 (93%) 0.22部をソルボール 7065 (東邦化学(株)製) に 1.00部に溶解した溶液を、軽石粒 (カガライト 2号) 98.78部に含浸させた後、十分に混合してメクラキシル 0.2%を含有する粒剤を得た。

比較例 5

SAP原体 (95%) 10.6部を加温、溶融し、アクバルジャイト LVM 89.4部に含浸させた後、十分に混合して SAP 10%を含有する粒剤を得た。

1 3

1 4

比較例 6

イソプロチオラン原体 12.3部、フルトラニル原体 7.2部、N-メチルピロリドン 3.0部及びアジピン酸ジオクチル 6.0部を混合、溶解した溶液を、焼成した珪藻土粒基剤（イソライト CG-1）71.5部に含ませた後、十分に混合してイソプロチオラン 12% 及びフルトラニル 7% を含有する混合粒剤を得た。

比較例 7

イソプロチオラン原体（97.5%）13.1部、ポリビニルアルコール（ゴーセノール GL-05）4.0部、ジオクチルスルホサキシネートナトリウム（エアロール CT-1）0.5部、珪藻土粉末（ラジオリイト #200）30.0部及びクレー 52.4部を混合し、これに適量の水を加えて混練し、径 0.9mm のスクリーンを装着したバスケット型造粒機（RG-5 型）で造粒した。得られた造粒物を流動乾燥機で乾燥し、粒基剤を得た。

この粒基剤 94.0部 にペンフラカルブ原体（84

%）6.0部 を含浸させた後、十分に混合してイソプロチオラン 12% 及びペンフラカルブ 5% を含有する混合粒剤を得た。

実施例 8

イソプロチオラン原体（97.5%）12.3部、ペンフラカルブ原体（84%）6.0部及びγ-ブチロラクトン 3.0部を混合、溶解した溶液を、焼成した珪藻土粒基剤（イソライト CG-1）78.7部 に含浸させた後、十分に混合してイソプロチオラン 12% 及びペンフラカルブ 5% を含有する混合粒剤を得た。

試験例 1

(1) 固結試験

実施例及び比較例で製造した粒状組成物 50g を 100ml のビーカーに入れ、700g の分銅で荷重した。これに 40℃ で 2 日間、更に 5℃ で 2 日間の繰返しを 2 週間行った。次いで室温で 2 ヶ月間静置した後に固結度を下記の基準に基づいて判定した。

固結度 判定基準

1 5

0. 固結がなく、ビーカーを傾けた時に全く抵抗なく粒が流れる。
1. やや抵抗があるが、ビーカーを大きく傾ければ粒が落ちる。
2. ビーカーを完全に転倒し、軽く叩けば落ち、ブロッキングがない。
3. ビーカーを完全に転倒し、軽く叩けば落ちるが、少量のブロッキングがある。
4. ビーカーを完全に転倒し、軽く叩けば落ちるが、大きなブロッキングがある。
5. 強い固結があり、ビーカーを完全に転倒し、軽く叩いても落ちない。

(2) 結晶析出の有無

固結試験終了後の試料を立体顕微鏡で観察し、結晶析出を下記の基準に基づいて判定を行った。

結晶析出程度 判定基準

- (-) 結晶析出なし
 (+) 僅かに結晶析出
 (++) かなりの結晶析出

1 7

1 6

(+++) 粒の表面全体に多量の結晶析出

結果を第 1 表に示す。

第 1 表

実施例No.	固結度	結晶析出程度	比較例No.	固結度	結晶析出程度
1	0	-	1	3	+
2	0	-	2	5	+++
3	0	-	3	4	++
4	0	-	4	4	++
5	0	-	5	5	++
6	0	-	6	3	++
7	0	-	7	5	+++
8	0	-	8	5	+++

以上に示す如く、本発明の固結防止剤であるジベンジルエーテルを使用した粒状組成物は固結及び粒の表面への有効成分化合物の結晶析出

1 8

が見られないのに対して、比較例では固結及び
粒の表面への有効成分化合物の結晶析出が多く
見られる。

特許出願人 日本農薬株式会社

代理人 弁理士 専 優 美



(ほか2名)